

PAT-NO: JP407260598A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 07260598 A
TITLE:X-RAY STRESS MEASURING DEVICE AND X-RAY STRESS MEASURING METHOD
PUBN-DATE: October 13, 1995
INVENTOR-INFORMATION:
NAME
OSAWA, SUMUTO
HOSOKAWA, YOSHINORI
SETO, GENSHIRO
KASHIWABARA, KOZO
ASSIGNEE-INFORMATION:
NAME COUNTRY
HORIBA LTD N/A
TOYOTA MOTOR CORP N/A
APPL-NO: JP05354286
APPL-DATE: December 31, 1993
INT-CL (IPC): G01L001/00, G01L001/25
ABSTRACT:

PURPOSE: To provide an X-ray stress measuring device and an X-ray stress measuring method allowing the rotational center of a ψ -axis to be positioned always on a θ -axis in correspondence with each change of inclination ψ in the constantly fixed state of a diffraction angle θ , as it is in the measuring condition.

CONSTITUTION: An X-ray stress measuring device is provided with a sample base 4 formed by successively placing a θ -axis goniometer 1, a θ -axis stage 3 with the surface 3a formed in curved shape with desired curvature R from the rotational center H of a θ -axis preset in the fixed position of the sample surface, and a uniaxial stage A; an X-ray generator 7 for radiating white X-rays 6 to a sample 5 set to the measuring part of the sample base 4; a semiconductor detector 9 for detecting diffracted X-rays 8 generated from the sample 5; a counting circuit 10 provided at the post-stage of the detector 9; and a laser displacement gauge 11 fixedly disposed with a specified space to the sample base 4.

COPYRIGHT: (C)1995, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-260598

(43) 公開日 平成7年(1995)10月13日

(51) Int.Cl.⁶

G 0 1 L 1/00
1/25

識別記号

A

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平5-354286

(22) 出願日 平成5年(1993)12月31日

(71) 出願人 000155023

株式会社堀場製作所

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

(71) 出願人 000003207

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町1番地

(72) 発明者 大澤 澄人

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

株式会社堀場製作所内

(72) 発明者 細川 好則

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

株式会社堀場製作所内

(74) 代理人 弁理士 藤本 英夫

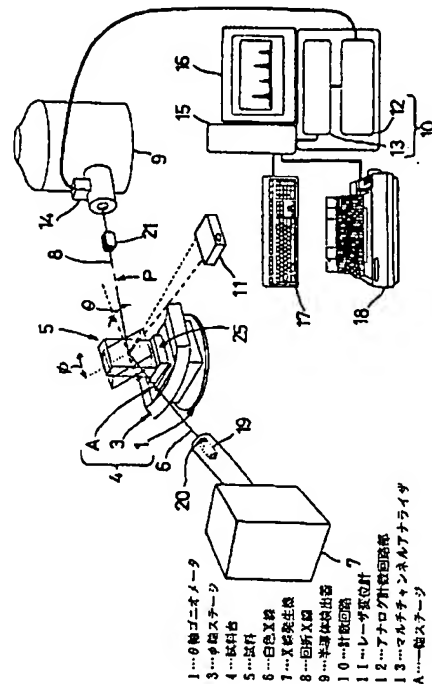
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 X線応力測定装置およびX線応力測定方法

(57) 【要約】

【目的】 回折角 θ を測定条件のまま常時固定した状態で傾け角 ψ の各変化に対応して常に ψ 軸の回転中心を θ 軸上に位置させることができるX線応力測定装置およびX線応力測定方法を得ること。

【構成】 θ 軸ゴニオメータ1、試料表面の定位置に予め設定されている ψ 軸の回転中心Hから所望の曲率Rを有して彎曲形状に表面3aが形成されている ψ 軸ステージ3および一軸ステージAが、順次、載置されてなる試料台4と、この試料台4の測定部位にセットされた試料5に白色X線6を照射するX線発生機7と、試料5から発生した回折X線8を検出する半導体検出器9と、該検出器9の後段に設けられた計数回路10と、試料台4と所定間隔を有して固定配置されたレーザ変位計11とを備えている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料台と、該試料台の測定部位にセットされた試料に白色X線を照射するX線発生機と、試料表面に対して回折角 θ で試料から発生した回折X線を検出する半導体検出器と、該検出器の後段に設けられた計数回路とを備え、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定するX線応力測定装置において、前記回折角 θ を前記測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の前記回転中心を常時前記 θ 軸上に位置させるために、前記試料台と所定間隔を有して固定配置されたレーザ変位計を設けたことを特徴とするX線応力測定装置。

【請求項2】 試料台と、該試料台の測定部位にセットされた試料に白色X線を照射するX線発生機と、試料表面に対して回折角 θ で試料から発生した回折X線を検出する半導体検出器と、該検出器の後段に設けられた計数回路とを備え、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定するX線応力測定装置を用いて応力測定を行うX線応力測定方法であって、X線応力測定装置の光学調整が、回折角 θ を測定条件にセットする回折角決定工程と、回折角 θ を前記測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の前記回転中心を常時前記 θ 軸上に位置させるためにレーザ変位計を用いてなり、該レーザ変位計を前記試料台と任意の間隔を有して配置するレーザ変位計配置工程と、試料をセットする前に光学調整部材を θ 軸上に回折角 θ を有して位置するよう試料台の測定部位にセットし、前記光学調整部材に白色X線を照射して該白色X線が照射されている前記光学調整部材のX線照射位置に、レーザ変位計から出力されるレーザスポットのスポット位置を一致させる位置合わせ工程と、 ψ 軸の前記回転中心が光学調整部材表面を通る θ 軸上に位置するよう、 ψ 軸をその回転中心に対して光学調整部材とともに任意の角度だけ変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないようにレーザ変位計を動かして前記光学調整部材のセット位置とレーザ変位計のスポット位置を調節し、前記光学調整部材を固定位置にセットするとともに、レーザ変位計を前記試料台と所望の間隔を有して固定位置に配置するレーザ変位計固定位置配置工程と、レーザ変位計の前記固定位置と光学調整部材の前記固定位置間の距離が変化しないように白色X線の前記光学調整部材への入射軸を微調整して光学調整部材のX線照射位置を前記レーザスポット位置に一致させるX線入射軸調整工程とを含み、試料のセッティングが、前記スポット位置を前記光学調整部材に代わる試料のX線照射位置に一致させる照射位置一致工程と、 ψ 軸をその回転中心に対して試料

とともに任意の角度だけ変化させても ψ 軸の前記回転中心を試料表面を通る θ 軸上に位置するよう、レーザ変位計の指示値が変わらない状態で ψ 軸の前記回転中心を前記 θ 軸上に位置させる検査を施すことにより試料を試料台の測定部位にセットできたと判断する試料セット工程と、試料の傾け角 ψ を設定値に固定する傾け角決定工程とを含むX線応力測定方法。

【請求項3】 光学調整部材が、白色X線の照射部分を可視化するための蛍光板である請求項2に記載のX線応力測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はX線応力測定装置およびX線応力測定方法に関し、更に詳しくは、試料台の測定部位にセットされた試料へ白色X線を入射させ、その回折X線を観測することで鉄鋼、セラミックス等の材料の残留応力を測定するエネルギー分散回折法を用いて、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定することにより回折X線のエネルギー分散を示す回折X線のプロフィールを得て、そのピーク位置のエネルギーを求めるのに好適な新規なエネルギー分散型X線応力測定装置（EDX応力測定装置）および測定方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に、試料台の測定部位に傾け角 ψ を有してセットされた試料に任意の角度（回折角） θ で白色X線（連続X線）を入射すると、種々のエネルギーのX線はその入射角 θ でBraggの回折条件、すなわち、

$$2d\sin\theta = \lambda \quad (1)$$

（ここで、 λ はX線の波長であり、 d は回折面間隔、 θ は回折角である。）を満足する格子面を選んで回折するので、一度に（2，1，1）面、（3，2，1）面等の面指数を有する各種格子面からの回折X線が得られる。そこで、半導体検出器（Solid-State Semiconductor Detector：SSD）を用いれば、X線のエネルギーに対応したX線強度が得られるため、各回折X線ごとの回折エネルギー値を測定することが可能である。また、回折エネルギーが異なればX線が試料内部に侵入する深さも異なることになる。このことは、回折エネルギーごとに異なった深さの情報が得られるということを示しており、これらの情報を解析することで深さ方向の応力分布（応力勾配）を推定することも可能である。

【0003】このように、白色X線を用いたEDX応力測定では、一定の回折角 θ の位置に固定されたSSDに各相の種々の回折面の量子エネルギー E_n が回折され、各相のひずみは分散する量子エネルギー E_n のピーク値の移動量として表されることになる。

【0004】以下、EDX応力測定法の原理について簡

単に述べる。X線の量子エネルギー E_n はその波長に反比例することから、次式が得られる。

$$\lambda = (hc) / E_n = 12.398 / E_n \quad (2)$$

〔ここで、単位は波長(オングストローム)、エネルギー(k e V)とし、 h はPlanck定数、 c は光の速度である。〕

いま、(1)式に(2)を代入して回折X線条件式をエ*

$$\Delta d / d = \Delta E_n / E_n$$

を得る。この(4)式は、ひずみ($\epsilon = \Delta d / d$)が量子エネルギー E_n の変化率 $|\Delta E_n / E_n|$ に比例することを示しており、また、高エネルギーレベルの回折X線ほど小さいひずみの変化まで測定でき、残留応力の測定精度が良いことが分かる。この際、面指数(h, k, l)※

$$\sigma_x = -[E / (1 + \nu)] \cdot [\Delta \epsilon / \Delta \sin^2 \psi] \quad (5)$$

E : ヤング率、 ν : ボアソン比

で与えられることが分かっている。ここで、 $\Delta \epsilon$ は ψ 方向のひずみ $\Delta \epsilon = \Delta d / d_0$ である。(4)式でE ★

$$\sigma_x = -[E / (1 + \nu)] \cdot [1 / E_{n0}] \cdot [\Delta E_n / \Delta \sin^2 \psi] \quad (6)$$

が得られる。この(6)式がEDX応力測定法によるX線応力測定の基礎式である。したがって、実際の応力測定では、傾け角 ψ を各種変化させて回折X線プロフィールを得て、そのピーク位置のエネルギーを求め、それを $\sin^2 \psi$ に対してプロットし、 $\sin^2 \psi$ 線図を作成し、その勾配 $[\Delta E_n / \Delta \sin^2 \psi]$ を求めれば(6)式より応力値を算出することができる。

【0005】また、図10は鉄鋼系の試料を用い、回折角 θ を 13.5° に固定したときの回折X線のエネルギー分散を示す回折X線のプロフィールである。図10において、鉄鋼系の試料からの蛍光X線として $Fe-K\alpha$ と $Fe-K\beta$ が出現していることが分かる。ここで、(2, 1, 1)、(3, 2, 1)等の面指数を扱った各ピークは回折X線であることを示している。さらに、X線対陰極からの特性X線の散乱線として $Mo-K\alpha$ と $Mo-K\beta$ が出現している。なお、測定条件は、管電圧: 55 kV、管電流: 200 mAに設定し、(2, 1, 1)面のカウント数が100, 000カウントに達するまで測定した結果、772秒かかった。このように、EDX応力測定法では、一回の白色X線の照射で多数の回折X線のピークを同時に得ることができる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】このように、EDX応力測定装置は、高エネルギー、高出力のX線発生機を用いて多数のピーク位置を同時に測定できるけれども、試料台の測定部位にセットされた試料のオフセットの影響により、 ψ 軸の回転中心が、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸上から離れることでピーク位置が変わってしまうという問題点がある。すなわち、試料のオフセットの影響とは、試料を試料台の測定部位に傾け角 ψ で傾けた際に、試料位置が微妙に変化することによって、 ψ 軸の回転中心が θ 軸上に位置しなくなり、その結果、ピーク☆50

*エネルギーで表すと、

$$d = 6.199 / (E_n \cdot \sin \theta) \quad (3)$$

と書ける。この(3)式よりEDX応力測定法では回折角 θ を固定して量子エネルギー E_n を測定すれば、回折面間隔 d が測定でき、面指数(h, k, l)も決定できる。ここで、(3)式を E_n について微分したものを、

(3)式に $\sin \theta$ を代入して整理すると、

$$(4)$$

※の低い格子面ほど回折強度が高いため、このような面を高エネルギーレベルで測定することが有利である。そのため、(3)式の $\sin \theta$ の値が小さくなるように θ を選ぶことが重要となる。さて、 $\sin^2 \psi$ 法(ψ : 試料の傾け角)におけるX線の応力 σ_x は、

★ n は、無ひずみ状態の回折X線のエネルギー値であるので、それを E_{n0} として(5)式に代入すると、

☆位置が変わってしまうというものである。そこで、発散角の小さいソーラスリットを、X線発生機に設けたコリメータの手前と試料台から検出器に向かう回折X線の伝播経路上とに配置して、白色X線の平行度を上げることによって、試料のオフセットの影響を低減することが検討されている。しかし、前記ソーラスリットを追加したところで、回折角 θ を前記測定条件のまま常時固定した状態で傾け角 ψ を種々変化させる必要があるから、傾け角 ψ の各変化に対応して常に ψ 軸の回転中心が θ 軸上に位置させるのは難しくオフセットの影響による誤差は依然残り、精度良く応力測定を行うのは難しい。

30 【0007】本発明は、上述の事柄に留意してなされたもので、その目的とするところは、回折角 θ を測定条件のまま常時固定した状態で傾け角 ψ の各変化に対応して常に ψ 軸の回転中心を θ 軸上に位置させることができるX線応力測定装置およびX線応力測定方法を得ることである。

【0008】

【課題を解決するための手段および作用】一般に、EDX応力測定法では、回折X線のプロフィールのピーク位置を決定するに際しては、半導体検出器の後段に設けられ、プリアンプ、リニアアンプ、A-D変換器およびマルチチャンネルアナライザなどからなる計数回路を用いて測定される応力やデータがデジタル量であることと、半導体検出器の特性として、回折X線のプロフィールの形状がガウス分布を示すという観点から、プロフィールの形状をガウス分布で近似して、ピーク位置を算出するガウシアンフィッティング法(Theory of gaussian fitting method)を採用している。これにより、ピークシフト量に対して、フィッティングによる誤差は、0.129 eVというほぼ無視できるオーダーになり、満足のいく十分な精度で応力測定ができる。

【0009】さて、EDX応力測定法を用いて高精度な応力測定を行うための条件の1つは、上述したように、ピークエネルギー値を変化させる誤差要因を回避することである。すなわち、試料のオフセットの影響を低減するために傾け角 ψ の変化に対して回折角 θ をいかに固定するかが測定精度上重要となるけれども、従来法ではこの処理ができなかった。

【0010】そこで、本発明者らは、このオフセット誤差を解消すべく、回折角 θ を測定条件のまま常時固定した状態で傾け角 ψ の各変化に対応して常に ψ 軸の回転中心を θ 軸上に位置させることができる方法を鋭意検討した。その結果、公知のレーザ変位計を利用して、傾け角 ψ を種々変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないというチェックをX線応力測定装置の光学調整時に施すだけで、 ψ 軸の前記回転中心を θ 軸上に位置できたと判断でき、その結果、測定精度を向上できることを本発明者らは見出した。

【0011】かくして、本発明は、試料台と、該試料台の測定部位にセットされた試料に白色X線を照射するX線発生機と、試料表面に対して回折角 θ で試料から発生した回折X線を検出する半導体検出器と、該検出器の後段に設けられた計数回路とを備え、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定するX線応力測定装置において、前記回折角 θ を前記測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の前記回転中心を常時前記 θ 軸上に位置させるために、前記試料台と所定間隔を有して固定配置されたレーザ変位計を設けたことを特徴とするX線応力測定装置を提供する。

【0012】本発明におけるレーザ変位計としては公知のものが使用される。このレーザ変位計は、本発明においては、傾け角 ψ を種々変化させても指示値が変わらないというチェックを光学調整時に施すために使用されるものであって、レーザ変位計を、まず、レーザ変位計配置工程で試料台とは任意の間隔を有して配置し、その後、スポット位置を光学調整部材のX線照射位置に一致させ、続いて、レーザ変位計を動かせるとともに、 ψ 軸をその回転中心に対して光学調整部材とともに任意の角度だけ変化させることにより、光学調整部材を動かしてもレーザ変位計の指示値が変わらないようにチェックを施して、光学調整部材およびレーザ変位計をそれぞれ固定位置にセットする。

【0013】本発明において、検出器の後段に設けられた計数回路は基本的にアナログ計数回路部とマルチチャンネルアナライザとから構成されており、この計数回路は入射したX線を各エネルギー値にカウントするものであって、アナログ計数回路部が、検出器に接続されたプリ

アンプと、電流や電圧に変換された入射X線エネルギーのアナログ計測値をデジタルに変換してエネルギー毎にマルチチャンネルアナライザ(MCA)に入力するA-D変換器から主としてなる。

【0014】また、計数回路の後段にはCPUが設けられ、CPUでの演算結果は図1に示す様な表示形態でCRTに表示される。一般に、CPUはキーボードやプリンターとも接続され適宜操作される。

【0015】このように、本発明はそれ自体、公知のレーザ変位計を用いているけれども、ピークエネルギー値が変化することを回避するために、傾け角 ψ を種々変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないというチェックをX線応力測定装置の光学調整時に施すことにより、回折角 θ を測定条件のまま常時固定した状態では ψ 軸の回転中心を θ 軸上に位置させることができないという誤差要因を取り除くことができ、高精度測定を可能にした。

【0016】本発明における検出器としては半導体検出器(SSD)を挙げることができ、例えば、図1に示すような冷却型のGe半導体検出器が多用される。

【0017】また、本発明は、別の観点から、試料台と、該試料台の測定部位にセットされた試料に白色X線を照射するX線発生機と、試料表面に対して回折角 θ で試料から発生した回折X線を検出する半導体検出器と、該検出器の後段に設けられた計数回路とを備え、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定するX線応力測定装置を用いて応力測定を行うX線応力測定方法であって、X線応力測定装置の光学調整が、回折角 θ を測定条件にセットする回折角決定工程と、回折角 θ を前記測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の前記回転中心を常時前記 θ 軸上に位置させるためにレーザ変位計を用いてなり、該レーザ変位計を前記試料台と任意の間隔を有して配置するレーザ変位計配置工程と、試料をセットする前に光学調整部材を θ 軸上に回折角 θ を有して位置するよう試料台の測定部位にセットし、前記光学調整部材に白色X線を照射して該白色X線が照射されている前記光学調整部材のX線照射位置に、レーザ変位計から出力されるレーザスポットのスポット位置を一致させる位置合わせ工程と、 ψ 軸の前記回転中心が光学調整部材表面を通る θ 軸上に位置するよう、 ψ 軸をその回転中心に対して光学調整部材とともに任意の角度だけ変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないようにレーザ変位計を動かして前記光学調整部材のセット位置とレーザ変位計のスポット位置を調節し、前記光学調整部材を固定位置にセットするとともに、レーザ変位計を前記試料台と所望の間隔を有して固定位置に配置するレーザ変位計固定位置配置工程と、レーザ変位計の前記固定位置と光学調整部材の前記固定位置間の距離が変化しないように白色X

線の前記光学調整部材への入射軸を微調整して光学調整部材のX線照射位置を前記レーザスポット位置に一致させるX線入射軸調整工程とを含み、試料のセッティングが、前記スポット位置を前記光学調整部材に代わる試料のX線照射位置に一致させる照射位置一致工程と、 ψ 軸をその回転中心に対して試料とともに任意の角度だけ変化させても ψ 軸の前記回転中心を試料表面を通る θ 軸上に位置するよう、レーザ変位計の指示値が変わらない状態で ψ 軸の前記回転中心を前記 θ 軸上に位置させる検査を施すことにより試料を試料台の測定部位にセットできたと判断する試料セット工程と、試料の傾け角 ψ を設定値に固定する傾け角決定工程とを含むX線応力測定方法を提供する。

【0018】本発明のX線応力測定方法は、基本的に、X線応力測定装置の光学調整を施して回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした後、試料を試料台の測定部位にセットし、傾け角 ψ を設定値に固定することからなり、X線応力測定装置の光学調整時に、傾け角 ψ を種々変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないというチェックを施すことからなる。

【0019】すなわち、光学調整の一例について簡単に述べると、

(1) 試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸上に、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸の回転中心を位置させるために、光学顕微鏡を用いて θ 軸ゴニオメータと試料の傾き方向への回転が可能な彎曲表面(ψ 軸の回転中心Hから所望の曲率Rを有する)が形成された ψ 軸ステージの中心を一致させた上で、

(2) θ 軸ゴニオメータにて θ を 0° とし、 ψ 軸ステージ上と検出器の前にそれぞれ蛍光板を取り付け、入射X線である白色X線が ψ 軸ステージの中心と検出器の中心を通るように検出器の前に取り付けた蛍光板に当たった白色X線のスポットを観察することにより白色X線の入射軸を調整する。

(3) θ 軸ゴニオメータにて θ 方向への回転により回折角 θ を測定条件にセットして試料の回折角 θ を決定し、その上で、 ψ 軸ステージを θ 軸ゴニオメータ上に設置し、該彎曲表面内に彎曲表面上を傾き方向へ移動可能な一軸ステージを取り付け、一軸ステージ上に載置台を介して蛍光板を取り付けた上で、X線照射位置とレーザ変位計のスポット位置を一致させる。

(4) ψ 軸ステージを $\pm 30^\circ$ まで変化させることにより、一軸ステージ上の蛍光板を ψ 軸の回転中心に対して傾け角 ψ を $\pm 30^\circ$ だけ回転させ、一軸ステージが $\pm 30^\circ$ 回転してもレーザ変位計の値が変わらないように一軸ステージ上の蛍光板の位置とレーザ変位計のスポット位置を調整する。これにより、回折角 θ を測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の回転中心を θ 軸上に位置させることができる。言い換えると、傾け角 ψ を種々変化させてもレーザ変位計の指示値が変わらないことから、観

測したい傾け角 ψ を常に ψ 軸の回転中心が θ 軸上に位置した状態で、かつ、回折角 θ を測定条件のまま固定した状態で得ることができる。

(5) レーザ変位計の値を0にセットする。

(6) X線照射位置をレーザ変位計のスポット位置に一致させるように、白色X線の入射軸を微調整する。次に、試料のセッティングの一例について簡単に述べると、

(7) 試料の測定位置に、あらかじめ厚さを測っておいた紙を貼付ける。

(8) レーザ変位計のスポットが試料の測定位置に当るように、試料を一軸ステージ上に取り付ける。

(9) レーザ変位計の値を見ながら、一軸ステージが $\pm 30^\circ$ 回転してもレーザ変位計の値が変わらなくなるまで試料を一軸ステージ上で動かす。すなわち、レーザ変位計の指示値が変わらない状態で ψ 軸の前記回転中心を前記 θ 軸上に位置させる検査を施すことにより試料を試料台の測定部位にセットできたと判断する。この時、紙の厚さも考慮してセッティングする。

(10) ψ を設定値に合わせて試料の傾け角 ψ を決定する。

(11) 紙を剥がし、測定を開始する。

【0020】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。なお、それによって本発明は限定を受けるものではない。図1において、EDX応力測定装置は、 θ 軸ゴニオメータ($\theta-2\theta$ ゴニオメータ)1、この上に、試料表面の定位置に予め設定されている ψ 軸の回転中心H(図6、図7、図9参照)から所望の曲率Rを有して彎曲形状に表面3aが形成されている ψ 軸ステージ3および該 ψ 軸ステージ3の前記彎曲表面3aに設けられ、試料の傾け角 ψ を規定するための案内レールLにて案内される一軸ステージAが、順次、載置されてなる試料台4と、この試料台4の測定部位にセットされた試料5に白色X線6を照射するX線発生機7と、試料5から発生した回折X線8を検出する半導体検出器9と、該検出器9の後段に設けられた計数回路10と、試料台4と所定間隔を有して固定配置されたレーザ変位計11とを備えている。

【0021】更に、計数回路10は、アナログ計数回路部12とマルチチャンネルアナライザ13とから構成されており、アナログ計数回路部12が、検出器9に接続されたプリアンプ14と、検出器9からのパルス出力信号を増幅するリニアアンプと、電流や電圧に変換された入射X線エネルギーのアナログ計測値をデジタルに変換してエネルギー毎にマルチチャンネルアナライザ(MCA)13に入力するA-D変換器からなる。そして、計数回路10を通してコンピュータ(CPU)15にて処理されて試料5の残留応力が測定される。また、コンピュータ15での演算結果は図10に示す様な表示形態でCRT16に表示される。このコンピュータ15はキーボー

ド17やプリンター18とも接続され適宜操作される。
【0022】また、X線発生機7はソーラスリット19とコリメータ20を有し、試料台4から検出器9に向かう回折X線8の伝播経路P上にもソーラスリット21が配置されている。

【0023】図3は試料台4の上方から試料5を見た場合の白色X線6、その照射位置QおよびFe-K α 、Fe-K β の応力測定に関与しない蛍光X線を伴った回折X線8と、回折角 θ との関係を示し、図4は照射位置Qを正面から見た場合の照射・回折状態を示す。

【0024】以下、EDX応力測定装置の光学調整と試料取付け方法について説明する。

(1) まず、光学顕微鏡を用いて ψ 軸ステージ3の回転中心Hに θ 軸ゴニオメータ1の回転中心を一致させる。この際、図5に示すように、検出器9と一体の θ 軸ゴニオメータ($\theta-2\theta$ ゴニオメータ)1を 2θ 動かすことにより、 ψ 軸ステージ3を θ だけ動かす。この際、 θ 軸ゴニオメータ1上のB点はB'点に移動し、 ψ 軸ステージ3上のP点はP'点に移動する。

【0025】(2) 次に、図6、図7に示すように、 θ を 0° とし、 ψ 軸ステージ3の回転中心Hに蛍光板22を取り付け、かつ、検出器9の前にも蛍光板23を取り付け、入射X線である白色X線6が ψ 軸ステージ3の回転中心Hと検出器9の中心を通るように白色X線6の軸Yを調整する。この際、白色X線6が当たっている部分を可視化するために蛍光板22、23を利用して、 ψ 軸ステージ3の回転中心Hに取り付けられた蛍光板22(図7参照)によって白色X線6が一部遮ぎられて、検出器9の前に取り付けた蛍光板23(図6参照)に当たった白色X線6の入射領域が、半分光するような領域23a(図8参照)を構成するように白色X線6の軸Yを調整する。続いて、蛍光板22、23を取り除く。

【0026】(3) レーザ変位計11を試料台4と任意の間隔を有して配置した(図6参照)後、図1、図2、図3に示すように、 θ 軸により θ を測定条件の 13.5° にセットし、マイクロメータ(図示せず)付き一軸ステージAに蛍光板24を取り付ける。この際、図7において、回転中心Hに対してルールLによって案内される一軸ステージA上に測定条件の回折角 θ を有するように蛍光板24を位置する。続いて、該蛍光板24に白色X線6が当たっているX線照射位置Qにレーザ変位計11から出力されるレーザスポットSのスポット位置M(図8参照)を一致させる。

【0027】(4) 次に、図9に示すように、 ψ 軸ステージ3を $\pm 30^\circ$ まで変化させることによって、一軸ステージAを $\pm 30^\circ$ まで変化させる。この際、一軸ステージAを $\pm 30^\circ$ まで変化させても(ψ 軸を $\pm 30^\circ$ まで傾ける)、レーザ変位計11の値が変わらないように蛍光板24の位置とレーザ変位計11のスポット位置Mを調整する。従来は、 ψ 軸を傾けてもレーザ変位計1

1の指示値が変わらないというチェックは当然施されていなかった。

【0028】(5) 続いて、レーザ変位計11の指示値を、便宜上、0にセットし直す。

【0029】(6) 次に、X線照射位置Qをレーザ変位計11とスポット位置Mの一致を維持するためにさせるように、白色X線6の軸Yを微調整する。すなわち、レーザ変位計11は固定されたから、所望の白色X線照射位置Q(図3、図4参照)にレーザスポットが重なるように白色X線の軸YをD方向に動かして(図8参照)、調整する。このようにして光学調整を施す。

【0030】次に、試料5の取付け(図1、図2参照)に際しては、

(7) 続いて、試料5の測定位置Qに、あらかじめ $150\mu\text{m}$ 程度に厚さを測っておいた紙(図示せず)を貼付ける。

【0031】(8) レーザ変位計11のスポットMが試料5の測定位置Qに当るように、試料5を載置台25を介して一軸ステージAに取り付ける。

【0032】(9) レーザ変位計11の指示値を見ながら、試料5を ψ 軸ステージ3の回転中心Hにセットする(図7参照)。この時、紙の厚さを考慮(補正)してセッティングする。すなわち、一軸ステージAを $\pm 30^\circ$ まで変化させても(ψ 軸を $\pm 30^\circ$ まで傾ける)、レーザ変位計11の指示値が変わらなくなるまで行い、初めて試料5を回転中心Hにセットできたと判断する。

【0033】(10) ψ を設定値に合わせる。

【0034】(11) 紙を剥がし、測定を開始する。

【0035】このように本実施例では、公知のレーザ変位計11を利用して、傾け角 ψ を種々変化させてもレーザ変位計11の指示値が変わらないというチェックをX線応力測定装置の光学調整時に施すことにより、 ψ 軸の前記回転中心Hが θ 軸上に位置することで試料5のオフセットの影響による誤差を低減でき、その結果、高エネルギー、高出力のX線発生機を用いて多数のピーク位置を同時に精度良く測定できる。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、試料の θ 方向への回転を規定する θ 軸により回折X線の回折角 θ を測定条件にセットした上で、試料の傾き方向への回転を規定する ψ 軸によりその回転中心に対して試料台を種々回転させて試料の傾け角 ψ を決定するに際して、前記試料台と所定間隔を有してレーザ変位計を固定配置したので、前記回折角 θ を前記測定条件のまま固定した状態で ψ 軸の前記回転中心を常時前記 θ 軸上に位置させることができピーク位置が変化するのを回避でき、その結果、精度良く応力測定を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示す全体構成説明図である。

11

12

【図2】上記実施例における要部構成説明図である。

【図3】上記実施例において、回折角 θ を測定条件の13.5°にセットした場合の、試料台の上方から試料を見た場合の図である。

【図4】上記実施例における試料の照射位置を正面から見た場合の図である。

【図5】上記実施例における測定方法の一工程を示す図である。

【図6】上記実施例における測定方法の別工程を示す図である。

【図7】上記実施例における測定方法を示す図である。

【図8】同じく上記実施例における測定方法を示す図である。

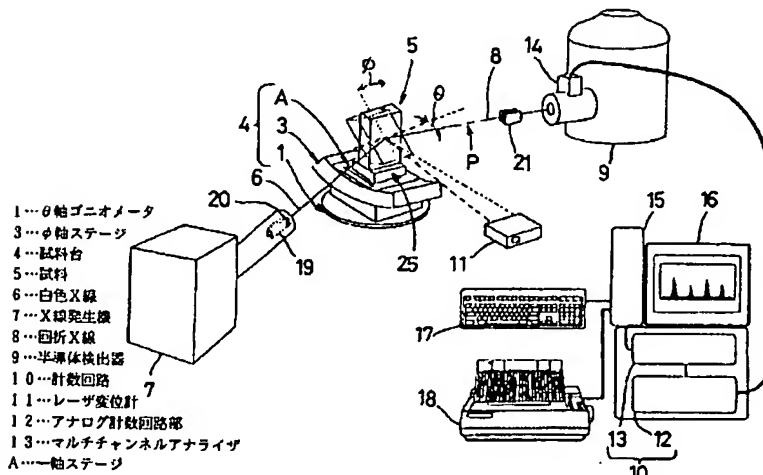
【図9】同じく上記実施例における測定方法を示す図である。

【図10】回折角 θ を測定条件の13.5°にセットした場合に得られた回折X線回折X線のエネルギー分散を示す図である。

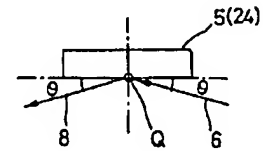
【符号の説明】

1… θ 軸ゴニオメータ、3… ψ 軸ステージ、4…試料台、5…試料、6…白色X線、7…X線発生機、8…回折X線、9…半導体検出器、10…計数回路、11…レーザ変位計、12…アナログ計数回路部、13…マルチチャンネルアナライザ、A… ψ 軸ステージ、H… ψ 軸の回転中心。

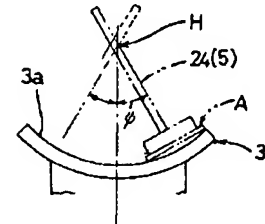
【図1】



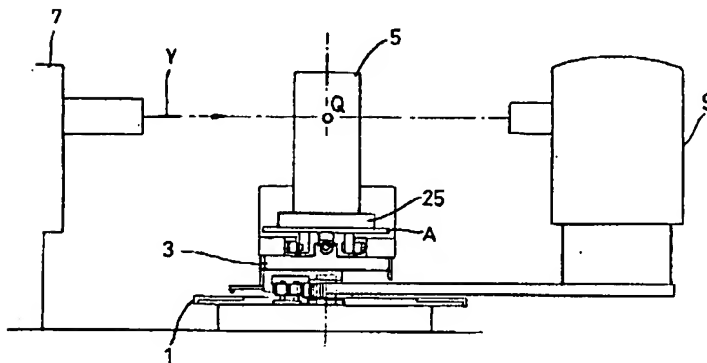
【図3】



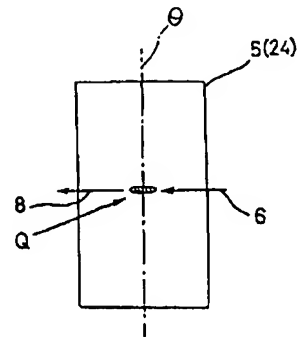
【図9】



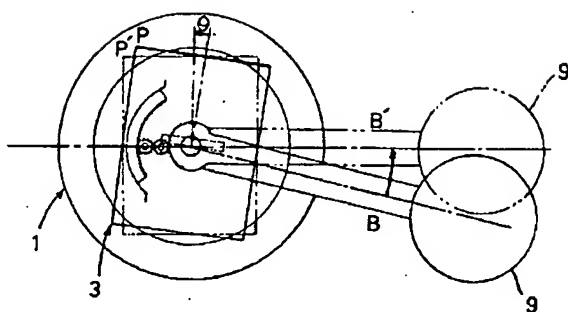
【図2】



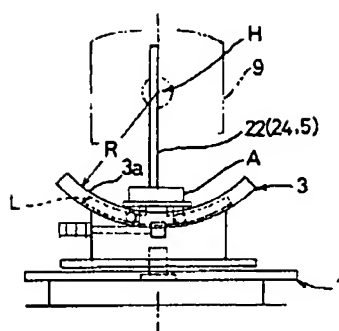
【図4】



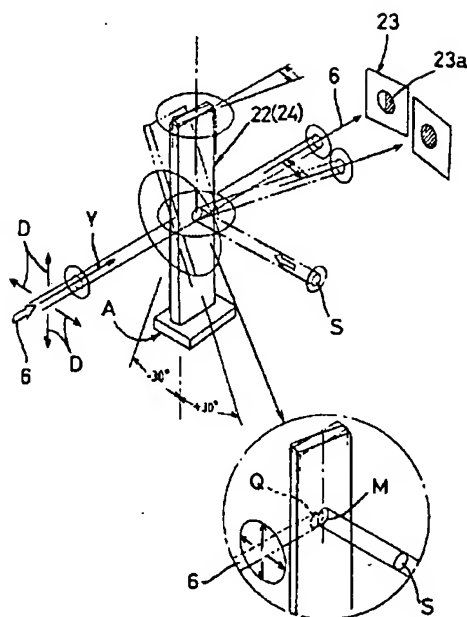
【図5】



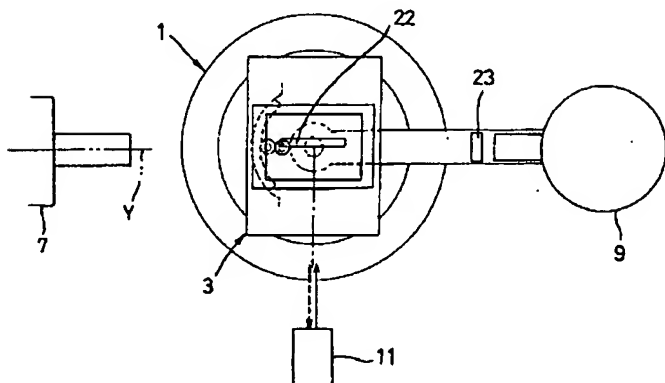
【図7】



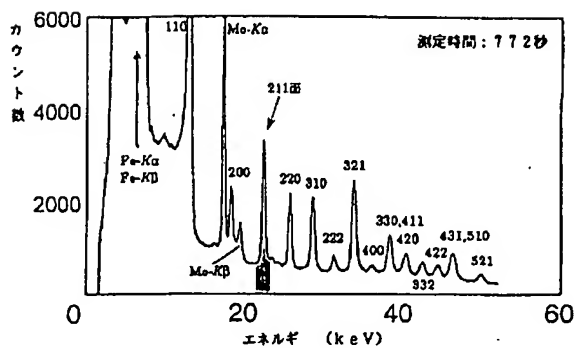
【図8】



【図6】



【図10】



フロントページの続き

(72)発明者 勢藤 源史郎
京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
株式会社堀場製作所内

(72)発明者 柏原 孝造
京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
株式会社堀場製作所内